(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 435 628**

(51) Int. CI.:

D04H 1/42 (2012.01)
D04H 13/00 (2006.01)
B01D 39/02 (2006.01)
D06M 10/00 (2006.01)
D01F 1/10 (2006.01)
B01D 39/16 (2006.01)
D04H 1/56 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.03.2010 E 10759225 (5)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2013 EP 2414573**

(54) Título: **Redes de electret con aditivos potenciadores de la carga**

(30) Prioridad:

03.04.2009 US 166390 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.12.2013

(73) Titular/es:

3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY (100.0%)
3M Center Post Office Box 33427
Saint Paul, MN 55133-3427, US

(72) Inventor/es:

LI, FUMING, B.;
SEBASTIAN, JOHN, M.;
JONES, MARVIN, E. y
JAPUNTICH, DANIEL, A.

(74) Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Redes de electret con aditivos potenciadores de la carga

Campo de la invención

Esta memoria descriptiva se refiere a redes de electret, incluyendo redes fibrosas no tejidas tales como redes de microfibras termoplásticas no tejidas, que contienen aditivos potenciadores de la carga y a los usos de las mismas.

Antecedentes de la invención

Un electret es un material dieléctrico que exhibe una carga eléctrica casi permanente. Los electrets son útiles en una variedad de dispositivos, incluyendo, por ejemplo, películas que se pegan, filtros de aire, caretas filtrantes y respiradores, y como elementos electrostáticos en dispositivos electroacústicos tales como micrófonos, auriculares y grabadoras electrostáticas.

El rendimiento de las redes de microfibras utilizadas para la filtración de aerosoles se puede mejorar impartiendo una carga eléctrica a las fibras, formando un material de electret. En particular, los electrets son eficaces en la mejora de la captura de partículas en filtros de aerosoles. Se conocen un número de métodos para la formación de materiales de electret en redes de microfibras. Tales métodos incluyen, por ejemplo, el bombardeo de fibras sopladas en estado fundido cuando salen de los orificios de un troquel, en la formación de las fibras, con partículas eléctricamente cargadas, tales como electrones o iones. Otros métodos incluyen, por ejemplo, la carga de las fibras después de que se forme la red, por medio de una descarga en corona de corriente continua (CC) o impartiendo una carga a la estera de fibras por medio del cardado y/o agujas viradas (tribocarga). Recientemente, se ha descrito un método en el que chorros de agua o una corriente de gotitas de agua inciden sobre una red no tejida a una presión suficiente para proporcionar una carga de electret potenciadora de la filtración (hidrocarga).

Compendio de la invención

La necesidad de redes de electret con propiedades mejoradas permanece. Se presentan en esta exposición redes de electret que contienen aditivos potenciadores de la carga. Estos aditivos potenciadores de la carga proporcionan redes de electret que son fáciles de cargar por una variedad de diferentes mecanismos de carga tales como la tribocarga, descarga en corona de CC, hidrocarga o una combinación de los mismos.

En algunas realizaciones, la memoria descriptiva incluye una red de electret que comprende una resina termoplástica y un aditivo potenciador de la carga que comprende un material de imida heterocíclica que está libre de grupos fluorados. La red de electret puede estar en la forma de una red fibrosa no tejida o incluso una red de microfibras no tejida.

En otras realizaciones, la memoria descriptiva incluye un medio de filtración de electret que comprende una red de microfibras no tejida que comprende una mezcla de una resina termoplástica y un aditivo potenciador de la carga que comprende un material de imida heterocíclica que está libre de grupos fluorados. El medio de filtración de electret puede comprender un respirador de filtro, un filtro del sistema de ventilación de una habitación, un filtro de sistema de ventilación de vehículo, un filtro de aire acondicionado, un filtro de caldera, un filtro purificador de aire de una habitación, un filtro de una aspiradora, o un filtro de disco duro de un ordenador.

También se describen métodos para preparar una red de electret que comprende proporcionar un material termoplástico, que proporciona un aditivo potenciador de la carga procesable en fusión en caliente que comprende un material de imida heterocíclica que está libre de grupos fluorados, mezclar el material termoplástico y el aditivo potenciador de la carga por medio de la fusión para formar una mezcla, formar una red a partir de la mezcla de fusión en caliente, y cargar electrostáticamente la red.

Descripción detallada de la invención

Redes de electret útiles en la presente memoria descriptiva incluyen una mezcla de una resina termoplástica y un aditivo potenciador de la carga. Las redes preparadas a partir de tales mezclas pueden presentar propiedades mejoradas sobre las redes preparadas con las resinas termoplásticas solamente. Aditivos potenciadores de la carga útiles incluyen materiales de imida heterocíclica que están libres de grupos fluorados.

Las redes de electret pueden estar en una variedad de formas. Por ejemplo la red puede ser una película continua o discontinua, o una red fibrosa. Las redes fibrosas son particularmente útiles para la formación de los medios de filtración. En algunas realizaciones la red es una red de microfibras no tejida. Típicamente las microfibras tienen de 1-100 micrómetros, o más típicamente de 2-30 micrómetros de diámetro efectivo (o diámetro promedio si se mide por un método tal como la microscopía electrónica de barrido) y las microfibras no necesitan tener una sección transversal circular.

Los términos "un", "una", y "el" se usan de manera intercambiable con "al menos uno" que significa uno o más de los elementos que se describen a continuación.

El término electret se refiere a un material que exhibe una carga eléctrica casi permanente. La carga eléctrica puede ser caracterizada por la prueba de descarga de rayos X como se describe en la sección de los ejemplos.

El término "alquilo" se refiere a un grupo monovalente que es un radical de un alcano, que es un hidrocarburo saturado. El alquilo puede ser lineal, ramificado, cíclico, o combinaciones de los mismos y típicamente tiene de 1 a 20 átomos de carbono. En algunas realizaciones, el grupo alquilo contiene de 1 a 18, 1 a 12, 1 a 10, 1 a 8, 1 a 6, o de 1 a 4 átomos de carbono. Los ejemplos de grupos alquilo incluyen, pero no se limitan a, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, terc-butilo (t-butilo), n-pentilo, n-hexilo, ciclohexilo, n-heptilo, n-octilo, y etilhexilo.

El término "alquenilo" se refiere a un grupo monovalente que es un radical de un alqueno, que es un hidrocarburo con al menos un doble enlace carbono-carbono. El alquenilo puede ser lineal, ramificado, cíclico, o combinaciones de los mismos y por lo general contiene de 2 a 20 átomos de carbono. En algunas realizaciones, el alquenilo contiene de 2 a 18, 2 a 12, 2 a 10, 4 a 10, 4 a 8, 2 a 8, 2 a 6, o de 2 a 4 átomos de carbono. Grupos alquenilo ejemplares incluyen etenilo, n-propenilo, y n-butenilo.

El término "alquinilo" se refiere a un grupo monovalente que es un radical de un alquino, que es un hidrocarburo con al menos un triple enlace carbono-carbono. El alquinilo puede ser lineal, ramificado, cíclico, o combinaciones de los mismos y por lo general contiene de 2 a 20 átomos de carbono. En algunas realizaciones, el alquinilo contiene de 2 a 18, 2 a 12, 2 a 10, 4 a 10, 4 a 8, 2 a 8, 2 a 6, o de 2 a 4 átomos de carbono. Los grupos alquinilo ejemplares incluyen etinilo, n-propinilo, y n-butinilo.

El término "heteroalquilo" se refiere a un grupo alquilo que contiene heteroátomos. Estos heteroátomos pueden ser átomos colgantes, por ejemplo, halógenos tales como flúor, cloro, bromo, o yodo o átomos catenarios tales como nitrógeno, oxígeno o azufre. Un ejemplo de un grupo heteroalquilo es un grupo polioxialquilo tal como -$CH_2CH_2(OCH_2CH_2)_nOCH_2CH_3$.

El término "alquilo sustituido" se refiere a un grupo alquilo que contiene sustituyentes a lo largo de la cadena principal hidrocarbonada. Estos sustituyentes pueden ser grupos alquilo, grupos heteroalquilo o grupos arilo. Un ejemplo de un grupo alquilo sustituido es un grupo bencilo.

El término "arilo" se refiere a un grupo carbocíclico aromático que es un radical que contiene de 1 a 5 anillos que pueden estar conectados o fusionados. El grupo arilo puede estar sustituido con grupos alquilo o heteroalquilo. Los ejemplos de grupos arilo incluyen grupos fenilo, grupos naftaleno y grupos antraceno.

El término "alquileno" se refiere a un grupo divalente que es un radical de un alcano, que es un hidrocarburo saturado. El alquileno puede ser lineal, ramificado, cíclico, o combinaciones de los mismos y típicamente tiene de 1 a 20 átomos de carbono. En algunas realizaciones, el grupo alquileno contiene de 1 a 18, 1 a 12, 1 a 10, 1 a 8, 1 a 6, o de 1 a 4 átomos de carbono. Los ejemplos de grupos alquileno incluyen, pero no se limitan a, metileno (-CH_2-), etileno (-CH_2CH_2-), y similares. El grupo alquileno también puede estar sustituido con grupos alquilo.

El término "arileno" se refiere a un grupo carbocíclico aromático divalente que es un radical que contiene de 1 a 5 anillos que pueden estar conectados o fusionados. El grupo arileno puede estar sustituido con grupos alquilo o heteroalquilo. Ejemplos de grupos arileno incluyen grupos fenileno, grupos naftileno y grupos antrileno.

El término "aralquileno" se refiere a un grupo divalente de la fórmula -R^a-Ar^a- donde R^a es un grupo alquileno y Ar^a es un arileno (es decir, un grupo alquileno está unido a un arileno).

El término "imida heterocíclica" se refiere a un grupo heterocíclico, es decir, un grupo cíclico en el que la estructura de anillo contiene heteroátomos además de átomos de carbono e hidrógeno, que es un radical que contiene de 1 a 5 anillos que pueden estar conectados o fusionados, y está sustituido con al menos un grupo imida. Un grupo imida es uno con la estructura -C(O)-NR^a-C(O)- donde C(O) se refiere a un grupo carbonilo (C═O) y donde el grupo R^a es hidrógeno, alquilo, alquenilo, alquinilo, arilo, heteroalquilo, o alquilo sustituido. Ejemplos de imidas heterocíclicas incluyen maleimidas, ftalimidas, succinimidas y similares. "Materiales imida heterocíclicos" son materiales que contienen al menos una imida heterocíclica.

El término "amina impedida" se refiere a grupos amina que están estéricamente impedidos por grupos sustituyentes. Se describen ejemplos de aminas con impedimento estérico, por ejemplo, en el documento de patente de Estados Unidos Nº 3.925.376 (Chalmers et al.).

Los términos "polímero" y "material polimérico" se refieren tanto a los materiales preparados a partir de un monómero tal como un homopolímero como a los materiales preparados a partir de dos o más monómeros tales como un copolímero, terpolímero, o similares. Del mismo modo, el término "se polimerizan" se refiere al proceso de fabricación de un material polimérico que puede ser un homopolímero, copolímero, terpolímero, o similares. Los

términos "copolímero" y "material copolimérico" se refieren a un material polimérico preparado a partir de al menos dos monómeros.

Los términos "temperatura de la habitación" y "temperatura ambiente" se utilizan indistintamente para referirse a temperaturas en el intervalo de 20° C a 25° C.

El término "procesable por fusión en caliente" tal como se utiliza en este documento, se refiere a una composición que puede transformarse, por ejemplo, por el calor y la presión, de un sólido a un fluido viscoso. La composición debe ser capaz de ser procesada por fusión en caliente sin ser sustancialmente químicamente transformada, degradada o inutilizada para la aplicación deseada.

A menos que se indique lo contrario, todos los números que expresan tamaños de características, cantidades, y propiedades físicas que se utilizan en la memoria descriptiva y reivindicaciones han de entenderse como modificados en todos los casos por el término "aproximadamente". En consecuencia, a menos que se indique lo contrario, los números establecidos son aproximaciones que pueden variar dependiendo de las propiedades deseadas usando la información descrita en este documento.

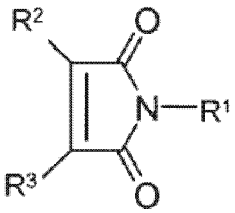
Las resinas termoplásticas útiles en la presente invención incluyen cualquier polímero termoplástico no conductor capaz de retener una gran cantidad de carga electrostática atrapada cuando se forman en una red y se cargan. Típicamente, tales resinas tienen una resistividad de CC (corriente continua) mayor de 10^{14} ohm-cm a la temperatura de uso previsto. Polímeros capaces de adquirir una carga atrapada incluyen poliolefinas tales como polipropileno, polietileno, y poli-4-metil-1-penteno; cloruro de polivinilo; poliestireno; policarbonatos; poliésteres, incluyendo polilactidas; y polímeros perfluorados y copolímeros perfluorados. Los materiales particularmente útiles incluyen polipropileno, poli-4-metil-1-penteno, mezclas de los mismos o copolímeros formados a partir de al menos uno de propileno y 4-metil-1-penteno.

En general, los polímeros termoplásticos útiles se caracterizan por el término "índice de fluidez del fundido". El índice de fluidez del fundido (MFI) es una medida de la facilidad de flujo de la masa fundida de un polímero termoplástico. Se define como la masa de polímero en gramos que fluye en 10 minutos a través de un capilar de diámetro y longitud específica por una presión aplicada a través de pesos gravimétricos alternativos prescritos a las temperaturas prescritas alternativas. El método se da en las normas ASTM D1238 e ISO 1133. Típicamente, el índice de fluidez del fundido para el polipropileno se mide a 230° C.

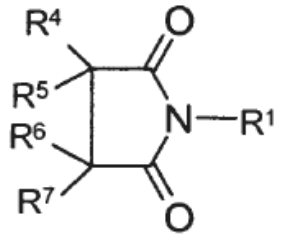
Ejemplos de resinas termoplásticas adecuadas incluyen, por ejemplo, las resinas de polipropileno: ESCORENE PP 3746G disponibles comercialmente de Exxon-Mobil Corporation, Irving, Tejas; TOTAL PP3960, TOTAL PP3860, y TOTAL PP3868 disponibles comercialmente de Total Petrochemicals EE.UU. Inc., Houston, Tejas; y Metocene MF 650W disponible comercialmente de LyondellBasell Industries, Inc., Rotterdam, Holanda; y la resina poli-4-metil-1-penteno TPX-MX002 comercialmente disponible de Mitsui Chemicals, Inc., Tokio, Japón.

Los aditivos potenciadores de la carga son materiales de imida heterocíclica que están libres de grupos fluorados. Un número de aditivos potenciadores de la carga se han utilizado que contienen grupos fluorados, pero el uso de grupos fluorados puede ser indeseable. El uso de grupos fluorados, especialmente de grupos perfluorados, requiere el uso de reactivos caros que contienen flúor y no están fácilmente disponibles y puede involucrar a secuencias de reacción complicadas y pasos de procesamiento complicados.

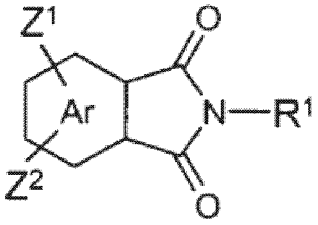
Los materiales de imida heterocíclica pueden ser descritos por tres estructuras generales, la Fórmula 1, Fórmula 2 y Fórmula 3 que se muestran a continuación:



Fórmula 1



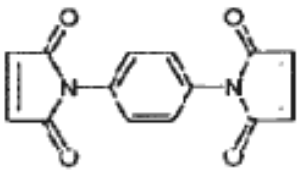
Fórmula 2



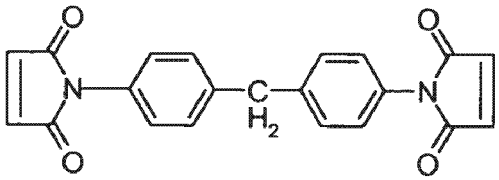
Fórmula 3

En la Fórmula 1, el grupo R^1 es hidrógeno, alquilo, arilo, heteroalquilo, o alquilo sustituido o arilo sustituido. Además, R^1 puede estar unido a un grupo imida heterocíclico adicional. Los grupos R^2 y R^3 son independientemente hidrógeno, alquilo, arilo, heteroalquilo, o alquilo sustituido o arilo sustituido o pueden estar unidos a otra imida heterocíclica. En la Fórmula 2, el grupo R^1 es el mismo que el descrito anteriormente. Los grupos R^4, R^5, R^6 y R^7 son independientemente hidrógeno, alquilo, arilo, heteroalquilo, o alquilo sustituido o arilo sustituido o pueden estar unidos a otra imida heterocíclica. En la Fórmula 3, el grupo R^1 es el mismo que se ha descrito anteriormente, el Ar es un anillo aromático tal como un fenilo, naftalilo, antracenilo u otra estructura de anillo condensado aromático; Z^1 y Z^2 son sustituyentes en el anillo aromático que pueden estar ubicados en cualquier lugar en el anillo aromático y pueden ser independientemente hidrógeno, alquilo, arilo, heteroalquilo, o alquilo sustituido, nitro, arilo sustituido o pueden estar unidos a otro imida heterocíclica. Además, el anillo aromático puede estar unido a otra imida heterocíclica.

En algunas realizaciones, el aditivo potenciador de la carga es un aditivo de la Fórmula 1. Una variedad de diferentes materiales que se describen por la Fórmula 1 son útiles como aditivos potenciadores de la carga. Tales aditivos se denominan a veces "maleimidas" porque cuando R^1, R^2 y R^3 en la Fórmula 1 son átomos de hidrógeno, la molécula se conoce como una maleimida. Típicamente, los grupos R^2 y R^3 son átomos de hidrógeno. Maleimidas adecuadas incluyen, por ejemplo, las maleimidas que están unidas a otro grupo maleimida. Tales maleimidas incluyen ejemplos en los que R^1 en la Fórmula 1 es un grupo de enlace unido a otro grupo maleimida. Ejemplos de grupos de enlace incluyen grupos alquileno, arileno, aralquileno y grupos similares. En algunas realizaciones, el grupo de enlace comprende un enlace aromático, lo que significa que el grupo de enlace contiene al menos un anillo aromático. Ejemplos de grupos de enlace aromáticos incluyen, por ejemplo, grupos arileno (-Ar-), y una variedad de grupos aralquileno que pueden estar vinculados a través de ya sea un grupo arilo o un grupo alquilo tal como, por ejemplo, -Ar-R^8-Ar-, y -R^9-Ar-R^9- donde R^8 y R^9 son grupos alquileno y Ar representa un grupo arileno. En algunas realizaciones el aditivo potenciador de la carga comprende la estructura de la Fórmula 4 o Fórmula 5 (a continuación).

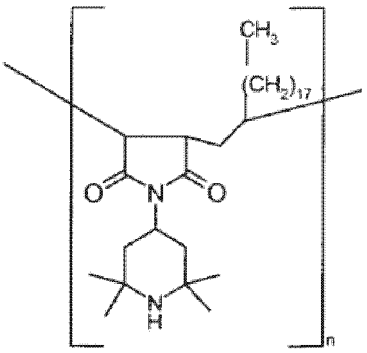


Fórmula 4



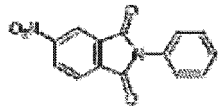
Fórmula 5

En algunas realizaciones, el aditivo potenciador de la carga es un aditivo de la Fórmula 2. Una variedad de diferentes materiales que se describen por la fórmula 2 son útiles como aditivos potenciadores de la carga. Tales aditivos se denominan a veces "succinimidas" porque cuando R^1, R^4, R^5, R^6 y R^7 en la Fórmula 2 son átomos de hidrógeno, la molécula se conoce como una succinimida. Succinimidas adecuadas incluyen, por ejemplo, las succinimidas de Fórmula 2 en las que R^1 comprende un grupo alquilo, arilo, heteroalquilo, alquilo sustituido o arilo sustituido. Los grupos R^4, R^5, R^6 y R^7 pueden ser grupos alquilo, o arilo o pueden ser grupos de enlace que unen el grupo succinimida a otros grupos de succinimida. En algunas realizaciones deseables, el aditivo potenciador de la carga es una succinimida de la Fórmula 2 en la que R^1 comprende un grupo de amina estéricamente impedido, R^4 y R^6 son grupos de enlace que unen el grupo succinimida a otros grupos succinimida, y los grupos R^3 y R^5 son átomos de hidrógeno. En una realización particularmente adecuada, el aditivo potenciador de la carga está disponible comercialmente como "UVINUL 5050H" de la firma BASF, Ludwigshafen, Alemania, que se puede describir como un oligómero de succinimida N-sustituida de amina estéricamente impedida. La estructura de este aditivo se muestra en la Fórmula 6 (a continuación) donde se informa que el peso molecular es de 3.000-4.000 gramos/mol y el valor de n es por lo tanto, aproximadamente de 5-7.



Fórmula 6

En algunas realizaciones, el aditivo potenciador de la carga es un aditivo de la Fórmula 3. Una variedad de diferentes materiales que se describen por la Fórmula 3 son útiles como aditivos potenciadores de la carga. Los aditivos de Fórmula 3 pueden ser vistos como maleimidas fusionadas a grupos arilo. Una clase adecuada de tales materiales se denominan a veces "ftalimidas" porque cuando R^1, Z^1 y Z^2 en la Fórmula 3 son átomos de hidrógeno, y el grupo Ar es un anillo de fenilo, la molécula se conoce como una ftalimida. Ftalimidas adecuadas incluyen, por ejemplo, ftalimidas de la Fórmula 3 en la que R^1 comprende un grupo alquilo, arilo, heteroalquilo, alquilo sustituido o arilo sustituido. Los grupos Z^1 y Z^2 pueden ser, independientemente, hidrógeno, grupos alquilo, arilo, o nitro. En algunas realizaciones deseables, el aditivo potenciador de la carga es una ftalimida de Fórmula 3 en la que R^1 comprende un grupo arilo tal como un grupo fenilo, y uno de los grupos Z^1 y Z^2 es un átomo de hidrógeno y el otro es un grupo nitro. Un ejemplo de una ftalimida adecuada se muestra en la Fórmula 7 (a continuación).



Fórmula 7

Típicamente el aditivo potenciador de la carga está presente en una mezcla de resina termoplástica y aditivo potenciador de la carga en cantidades de hasta aproximadamente 10%, más típicamente en el intervalo de 0,1 a 5% en peso basado en el peso total de la mezcla. En algunas realizaciones, el aditivo potenciador de la carga está presente en una cantidad que varía de 0,1 a 3% en peso o de 0,25 a 2% en peso.

La mezcla de la resina termoplástica y el aditivo potenciador de la carga se puede preparar por métodos bien conocidos. Típicamente, la mezcla se procesa usando técnicas de extrusión en estado fundido, por lo que la mezcla puede ser premezclada para formar gránulos en un proceso por lotes, o la resina termoplástica y el aditivo potenciador de la carga pueden ser mezclados en la máquina de extrusión en un proceso continuo. Cuando se utiliza un proceso continuo, la resina termoplástica y el aditivo potenciador de la carga pueden ser mezclados primero en forma de sólidos o añadirse por separado a la máquina de extrusión y dejar que se mezclen en estado fundido.

Ejemplos de mezcladores de fusión que pueden ser utilizados para formar gránulos premezclados incluyen aquellos que proporcionan un mezclado dispersivo, mezclado distributivo, o una combinación de mezclado dispersivo y distributivo. Ejemplos de métodos de proceso por lotes incluyen los que utilizan un BRABENDER (por ejemplo, un Centro de Preparación Brabender, disponible comercialmente de CW Brabender Instruments, Inc., South Hackensack, Nueva Jersey) o un equipo BANBURY de molienda de rodillo mezclado interno (por ejemplo, equipos disponibles de Farrel Co.; Ansonia, CT). Después de la mezcla del lote, la mezcla creada puede ser enfriada inmediatamente y almacenada por debajo de la temperatura de fusión de la mezcla para su posterior procesamiento.

Ejemplos de métodos continuos incluyen extrusión de tornillo único, extrusión de doble tornillo, extrusión de disco, extrusión de tornillo único alternativo, y extrusión de tornillo único de punzón cilíndrico. Los métodos continuos pueden incluir la utilización tanto de elementos de distribución, tales como mezcladores de transferencia de cavidad (por ejemplo, CTM, disponible comercialmente en RAPRA Technology, Ltd., Shrewsbury, Inglaterra) como de elementos de mezcla de pasador, elementos de mezcla estáticos o elementos de mezcla dispersiva (disponibles comercialmente, por ejemplo, de elementos de mezclado de Maddock o de elementos de mezclado de Saxton).

Ejemplos de máquinas de extrusión que pueden ser utilizadas para extruir gránulos premezclados preparados por un proceso por lotes incluyen los mismos tipos de equipo descritos anteriormente para el procesamiento continuo. Condiciones de extrusión útiles son generalmente aquellas que son adecuadas para la extrusión de la resina sin el aditivo.

La mezcla extruida de resina termoplástica y aditivo potenciador de la carga puede ser moldeada o recubierta en películas o láminas o se puede pulverizar en fusión en redes fibrosas no tejidas utilizando técnicas conocidas. Las redes de microfibras no tejidas pulverizadas en fusión son particularmente útiles como medios de filtración.

Los filtros de electret de microfibras no tejidas sopladas en estado fundido son especialmente útiles como un elemento del filtro de aire de un respirador, tal como una careta filtrante, o para fines tales como aires acondicionados del hogar y la industria, filtros de aire, aspiradoras, filtros de líneas de aire médicos y sistemas de aire acondicionado para vehículos y equipos comunes, tales como ordenadores, discos duros de ordenador y equipos electrónicos. En algunas realizaciones, los filtros de electret se combinan con un ensamblaje de respirador para formar un dispositivo respiratorio diseñado para ser utilizado por una persona. En uso de respiradores, los filtros de electret pueden estar en forma de respiradores moldeados, plisados o plegados en media cara, cartuchos reemplazables o botes, o prefiltros.

Microfibras sopladas en estado fundido útiles en la presente divulgación se pueden preparar como se describe en Van A. Wente, "Superfine Thermoplastic Fibers," Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, páginas 1342 a 1346 y en el Informe Nº 4364 de Naval Research Laboratories, publicado el 25 de mayo de 1954, titulado "Manufacture of Super Fine Organic Fibers" de Van Wente A. et al.

Las microfibras sopladas en estado fundido útiles para filtros de electret fibrosos tienen típicamente un diámetro efectivo de fibra de aproximadamente 1-100 micrómetros, más típicamente de 2 a 30 micrómetros, en algunas realizaciones de aproximadamente 7 a 15 micrómetros, según se calcula de acuerdo con el método expuesto en Davies, CN, "The separaction of Airbone Dust and Particles," Institution of Mechanical Engineers, London, Proceedings 1B, 1952.

Fibras discontinuas también pueden estar presentes en la red. La presencia de fibras discontinuas proporciona en general una red más elevada, menos densa que una red de sólo microfibras sopladas. En general, no más de aproximadamente 90 por ciento en peso de fibras discontinuas están presentes, más típicamente no más de aproximadamente 70 por ciento en peso. Ejemplos de redes que contienen fibras discontinuas se describen en el documento de patente de Estados Unidos Nº 4.118.531 (Hauser).

Material particulado absorbente tal como carbón activado o alúmina puede ser incluido también en la red. Tales partículas pueden estar presentes en cantidades de hasta aproximadamente 80 por ciento en volumen del contenido de la red. Se describen ejemplos de redes cargadas de partículas, por ejemplo, en el documento de patente de Estados Unidos Nº 3.971.373 (Braun), el documento de patente de Estados Unidos Nº 4.100.324 (Anderson) y el documento de patente de Estados Unidos Nº 4.429.001 (Kolpin et al.).

Varios aditivos opcionales se pueden mezclar con la composición termoplástica incluyendo, por ejemplo, pigmentos, estabilizadores de la luz, antioxidantes primarios y secundarios, desactivadores de metales, aminas con

impedimento estérico, fenoles con impedimento estérico, sales metálicas de ácidos grasos, fosfitos triéster, sales de ácido fosfórico, compuestos que contienen flúor y combinaciones de los mismos. Además, otros aditivos que mejoran la carga se pueden combinar con la composición termoplástica. Aditivos de carga posibles incluyen compuestos u oligómeros de triazina térmicamente estables orgánicos, compuestos u oligómeros que contienen al menos un átomo de nitrógeno además de los que están en el anillo de la triazina, véase, por ejemplo, los documentos de patente de Estados Unidos números 6.268.495, 5.976.208, 5.968.635, 5.919.847, y 5.908.598 a Rousseau et al. Otro aditivo conocido para mejorar electrets es "CHIMASSORB 944 LF: (poli[[6-(1,1,3,3,-tetrametilbutil)amino]-s-triazina-2,4-diil][[(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)imino]hexametileno[2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)imino]]), disponible de Ciba Specialty Chemicals, Inc. Los aditivos potenciadores de la carga pueden ser compuestos amino aromáticos N-sustituidos, en particular compuestos tri-amino sustituidos, tales como 2,4,6-trianilino-p-(carbo-2'-etilhexil-1'-oxi)-1,3,5-triazina disponible comercialmente como "UVINUL T-150" de la firma BASF, Ludwigshafen, Alemania. Otro aditivo de la carga es la 2,4,6-tris-(octadecilamino)-triazina, también conocida como triestearil melamina ("TSM"). Otros ejemplos de aditivos potenciadores de la carga se proporcionan en las solicitudes de los documentos de patente de Estados Unidos con número de serie 61/058.029, documento de patente de Estados Unidos número de serie 61/058.041, documento de patente de Estados Unidos número 7.390.351 (Leir et al.), documento de patente de Estados Unidos número 5.057.710 (Nishiura et al.), y los documentos de patente de Estados Unidos números 4.652.282 y 4.789.504 (Ohmori et al.).

Además, la red puede ser tratada químicamente para modificar su superficie. La fluoración de superficie se puede lograr mediante la colocación de un artículo polimérico en una atmósfera que contiene una especie que contiene flúor y un gas inerte y luego la aplicación de una descarga eléctrica para modificar la química de la superficie del artículo polimérico. La descarga eléctrica puede ser en forma de un plasma tal como una descarga en corona de corriente alterna. Este proceso de fluoración de plasma hace que los átomos de flúor aparezcan en la superficie del artículo polimérico. El proceso de fluoración de plasma se describe en un número de documentos de patente de Estados Unidos números 6.397.458, 6.398.847, 6.409.806, 6.432.175, 6.562.112, 6.660.210, y 6.808.551 de Jones/Lyons et al. Artículos de electret que tienen una alta relación de saturación de flúor se describen en el documento de patente de Estados Unidos número 7.244.291 a Spartz et al., y artículos de electret que tienen una baja relación de saturación de flúor, en conjunción con heteroátomos, se describen en el documento de patente de Estados Unidos número 7.244.292 de Kirk et al. Otras publicaciones que describen técnicas de fluoración incluyen: documentos de patente de Estados Unidos números 6.419.871, 6.238.466, 6.214.094, 6.213.122, 5.908.598, 4.557.945, 4.508.781 y 4.264.750; Publicaciones de patente de Estados Unidos 2003/0134515 A1 y 2002/0174869 A1, y el documento de patente internacional WO 01/07144.

Los medios de filtración de electret preparados según la presente memoria descriptiva tienen generalmente un peso base (masa por unidad de área) en el intervalo de aproximadamente 10 a 500 g/m^2, y en algunas realizaciones, de aproximadamente 10 a 100 g/m^2. Al hacer redes de microfibras sopladas en estado fundido, el peso base puede ser controlado, por ejemplo, mediante el cambio de o la velocidad del colector o el rendimiento del troquel. El espesor del medio de filtración es típicamente de aproximadamente 0,25 a 20 milímetros, y en algunas realizaciones, de aproximadamente 0,5 a 2 milímetros. Se utilizan comúnmente en los elementos de filtro múltiples capas de redes de electret fibrosas. La solidez de la red fibrosa de electret típicamente es de aproximadamente 1% a 25%, más típicamente de aproximadamente 3% a 10%. La solidez es un parámetro sin dimensiones que define la fracción de sólidos de la red. En general, los métodos de esta descripción proporcionan redes de electret con generalmente distribución de carga uniforme a lo largo de la red sin tener en cuenta el peso base, espesor, o solidez del medio. El medio de filtración de electrets y la resina a partir de la que se ha producido no deben ser sometidos a ningún tratamiento innecesario que pudiera aumentar su conductividad eléctrica, por ejemplo, exposición a radiación ionizante, rayos gamma, irradiación ultravioleta, pirólisis, oxidación, etc.

La red de electret puede ser cargada a medida que se forma o se puede cargar la red después de que se ha formado. En medios de filtración de electret, el medio se carga generalmente después de que se forme la red. En general, cualquier método de carga estándar conocido en la técnica puede ser utilizado. Por ejemplo, la carga puede llevarse a cabo en una variedad de maneras, incluyendo la tribocarga, descarga en corona de CC e hidrocarga. También se puede utilizar una combinación de métodos.

Ejemplos de procesos de descarga en corona de CC adecuados se describen en los documentos de patente de Estados Unidos Re número 30.782 (van Turnhout), patente de Estados Unidos Re número 31.825 (van Turnhout), patente de Estados Unidos Re número 32.171 (van Turnhout), documento de patente de Estados Unidos número 4.215.682 (Davis et al.), documento de patente de Estados Unidos número 4.375.718 (Wadsworth et al.), documento de patente de Estados Unidos número 5.401.446 (Wadsworth et al.), documento de patente de Estados Unidos número 4.588.537 (Klaase et al.), documento de patente de Estados Unidos número 4.592.815 (Nakao), y documento de patente de Estados Unidos número 6.365.088 (Knight et al.).

La hidrocarga de la red se lleva a cabo mediante la colisión de chorros de agua o una corriente de gotitas de agua sobre la red a una presión suficiente para proporcionar a la red una carga de electret mejoradora de la filtración. La presión necesaria para conseguir resultados óptimos varía dependiendo del tipo de pulverizador usado, del tipo de polímero a partir del cual se forma la red, tipo y concentración de aditivos para el polímero, espesor y densidad de la

red y si el tratamiento previo, tal como el tratamiento de superficie de corona de CC, se llevó a cabo antes de la hidrocarga. En general, presiones de agua en el intervalo de aproximadamente 10 a 500 psi (69 a 3450 kPa) son adecuadas. El tratamiento de superficie de corona de CC también podría ser utilizado como un tratamiento después de la hidrocarga, si se desea, pero un tratamiento posterior así no es típico.

Los chorros de agua o corriente de gotitas de agua pueden proporcionarse mediante cualquier medio de pulverización adecuado. Un aparato útil para enredar hidráulicamente fibras es generalmente útil en el método de la presente descripción, aunque la operación se lleva a cabo a presiones más bajas en la hidrocarga que las que se utilizan generalmente en el hidroenredado. Se entiende que la hidrocarga incluye el método descrito en el documento de patente de Estados Unidos número 5.496.507 (Angadjivand) y otros diversos métodos derivados para impartir una carga de electret mediante el proceso de humectación y deshumectación del fluido como se describe en, por ejemplo, los documentos de patente japonesa número de solicitud JP 2002161467 (Horiguchi), número de solicitud JP 2002173866 (Takeda), número de solicitud JP 2002115177 (Takeda), número de solicitud JP 2002339232 (Takeda), número de solicitud JP 2002161471 (Takeda), número de solicitud 3.780.916 (Takeda), número de solicitud JP 2002115178 (Takeda), número de solicitud JP 2003013359 (Horiguchi), documentos de patente de Estados Unidos número 6.969.484 (Horiguchi), y número 6.454.986 (Eitzman), documentos de patente japonesa número de solicitud JP 2004060110 (Masumori), número de solicitud JP 2005131485 (Kodama), y número de solicitud JP 2005131484 (Kodama).

La hidrocarga de la red también se puede llevar a cabo utilizando un nuevo método descrito en la solicitud del documento de patente de estados Unidos titulada "Method of Making Electret Articles Based on Zeta Potential" (número de serie 12/131,770) presentada el 2 de junio de 2008. El método comprende: (a) proporcionar un artículo polimérico que se va a cargar, y (b) poner en contacto el artículo polimérico que se va a cargar con un líquido acuoso que tiene un pH y conductividad de la siguiente manera: (i) si el artículo tiene un potencial zeta de menos de -7,5 milivoltios (mV), entonces el agua que se pone en contacto tiene una conductividad de alrededor de 5 a 9.000 microsiemens por centímetro (microS/cm) y un pH mayor que 7, y (ii) si el artículo tiene un potencial zeta mayor de -7,5 mV, entonces el agua que se pone en contacto tiene una conductividad de alrededor de 5 a 5.500 microsiemens por centímetro (microS/cm) y un pH de 7 o menos. El artículo se puede secar activamente (al vacío o con calor) o pasivamente (secado colgado) o combinaciones de los mismos.

Para evaluar el rendimiento de la filtración, se han desarrollado una variedad de protocolos de ensayo de filtración. Estas pruebas incluyen la medición de la penetración de un aerosol en la red de filtro usando un aerosol estándar de prueba, tal como el ftalato de dioctilo (DOP), que por lo general se presenta como el porcentaje de penetración del aerosol a través de la red de filtro (% Pen) y la medición de la caída de presión a través de la red del filtro (ΔP). A partir de estas dos mediciones, se puede calcular una cantidad conocida como el factor de calidad (QF) mediante la siguiente ecuación:

$$QF = - \ln(\% \text{ Pen}/100)/\Delta P,$$

donde ln representa el logaritmo neperiano. Un valor más alto de QF indica un mejor rendimiento de la filtración, y la disminución de los valores de QF se correlaciona efectivamente con una disminución del rendimiento de la filtración. Detalles para la medición de estos valores se presentan en la sección de Ejemplos. Por lo general, los medios de filtración de esta descripción tienen valores medidos de QF de 0,3 mm (de $H_2O)^{-1}$ o superiores a una velocidad frontal de 6,9 centímetros por segundo.

Para verificar que un medio de filtración determinado se carga electrostáticamente en la naturaleza, se puede examinar su actuación antes y después de la exposición a radiación de rayos X ionizantes. Tal como se describe en la bibliografía, por ejemplo, *Air Filtration* de RC Brown (Pergamon Press, 1993) y "*Application of Cavity Theory to the Discharge of Electrostatic Dust Filters by X-Rays*", A. J. WAKER y R. C. BROWN, Applied Radiation and Isotops, vol. 39 , Nº 7, páginas 677-684, 1988, si un filtro cargado electrostáticamente se expone a los rayos X, la penetración de un aerosol a través del filtro será mayor después de la exposición que antes de la exposición, ya que los iones producidos por los rayos X en las cavidades de gas entre las fibras habrán neutralizado algunas de las cargas eléctricas. Por lo tanto, se puede obtener un diagrama de la penetración contra la exposición acumulativa a los rayos X que muestra un aumento constante hasta un nivel constante después de lo cual aún más irradiación no provoca ningún cambio. En este punto, toda la carga se ha eliminado del filtro.

Estas observaciones han llevado a la adopción de otro protocolo de pruebas para caracterizar el rendimiento de la filtración, la prueba de descarga de rayos X. En este protocolo de prueba, piezas seleccionadas del medio de filtración a ensayar se someten a radiación de rayos X para descargar la red de electret. Uno de los atributos de esta prueba es que confirma que la red es un electret. Debido a que se sabe que los rayos X apagan la carga de electret, la exposición de un medio de filtración a los rayos X y la medición del rendimiento del filtro antes y después de esta exposición y la comparación del rendimiento del filtro indica si el filtro es un electret. Si el rendimiento del filtro no cambia después de la exposición a la radiación de rayos X, esto es indicativo de que ninguna carga se apagó y el material no es un electret. Sin embargo, si el rendimiento del filtro disminuye después de la exposición a la radiación de rayos X, esto es indicativo de que el medio de filtración es un electret.

Cuando se ejecuta la prueba, por lo general, el rendimiento de la filtración se mide antes y después de la exposición del medio de filtración a la radiación de rayos X. Puede calcularse un Coeficiente de Penetración en % de acuerdo con la siguiente ecuación:% Coeficiente de Penetración = (ln(% Penetración inicial DOP/100)/(ln(% Penetración DOP tras 60 minutos de exposición a los rayos X))) x l00, cuando se prueba de acuerdo con el método de prueba del rendimiento de la filtración, como se describe en la sección de Ejemplos a continuación. A fin de que la red tenga suficiente carga para su uso como un filtro, el % de Coeficiente de Penetración es típicamente de al menos 300%. A medida que el porcentaje de Coeficiente de Penetración aumenta, el rendimiento de la filtración de la red también se incrementa. En algunas realizaciones, el porcentaje de Coeficiente de Penetración es por lo menos 400%, 500%, o 600%. En realizaciones preferidas, el porcentaje de Coeficiente de Penetración es por lo menos 750% o 800%. En algunas realizaciones, la red presenta un porcentaje de Coeficiente de Penetración de al menos 1.000%, o al menos 1.250%.

El factor de calidad inicial (antes de la exposición a los rayos X) es típicamente de al menos 0,3 (mm de $H_2O)^{-1}$, más típicamente al menos 0,4 o incluso 0,5 (mm de $H_2O)^{-1}$ para una velocidad frontal de 6,9 cm/s cuando se ensaya de acuerdo con el método de prueba del rendimiento de la filtración, tal como se describe en la sección de Ejemplos a continuación. En algunas realizaciones, el factor de calidad inicial es de al menos 0,6 o 0,7 (mm de $H_2O)^{-1}$. En otras realizaciones, el factor de calidad inicial es de al menos 0,8, al menos 0,90, al menos 1,0, o incluso mayor que 1,0 (mm de $H_2O)^{-1}$. El factor de calidad después de 60 minutos de exposición a los rayos X es típicamente menos de 50% del factor de calidad inicial. En algunas realizaciones, el factor de calidad inicial es al menos 0,5 (mm de $H_2O)^{-1}$ o más y el factor de calidad después de 60 minutos de exposición a los rayos X es menor de 0,15 (mm de $H_2O)^{-1}$.

La densidad de carga efectiva (q_f) para un filtro de fibra de electret se puede calcular a partir de mediciones de la prueba de penetración del filtro. Este cálculo se describe en Brown, R. C. (1981) Capture of Dust Particles in Filters by Line-Dipole Charged Fibers, J. Aerosol Sci. 12:349-356, y Otani, Y, Emi, H. y Mori, J. (1993), Initial Collection Efficiency of Electret Filter and Its Durability for Solid and Liquid Particles, J. Chem. Eng. Japón 11:207-214.

La ecuación para la penetración del filtro a través de un medio de filtración de electret está relacionada con tres coeficientes de partículas para un mecanismo de captura de partículas mecánico, de dipolo y culómbico.

$$\%P_{ch} = 100\left[\frac{\pi(1-\alpha)d_f}{4\alpha L}\right](\eta_M + \eta_{In} + \eta_c),$$

donde:

η_M = eficiencia de fibra única: captura mecánica (fibras sin carga, partículas sin carga)

η_{In} = eficiencia de fibra única: captura de dipolo inducido (fibras con carga, partículas sin carga)

η_c = eficiencia de fibra única: captura culómbica (fibras con carga, partículas con carga) = 0 para partículas sin carga.

La fuerza inducida de la eficiencia de fibra única (η_{In}) puede ser calculada a partir de la estructura del filtro y los resultados de las pruebas de filtro, utilizando partículas no cargadas ($\eta_c = 0$) para un medio de filtración de electret, lo que da la fracción de penetración para las fibras con carga (P_{ch}) y para las fibras sin carga (P_{unch}):

$$\eta_{In} = \left[\frac{\pi(1-\alpha)d_f}{4\alpha L}\right]\ln\left[\frac{P_{ch}}{P_{unch}}\right]$$

El parámetro sin dimensiones de la fuerza inducida (K_{In}) se refiere a la captura de partículas sin carga con las fibras de electret con carga.

$$K_{In} = \left[\frac{\varepsilon_p - 1}{\varepsilon_p + 2}\right]\frac{C_c\pi^2 q_f^2 d_p^2}{6\varepsilon_0(1+\varepsilon_f)^2\mu d_f U_0}$$

Relaciones correlativas de análisis computacional (a continuación) de Otani (1993) y Brown (1993) para dos regímenes pueden ser invertidas para calcular el parámetro de la fuerza inducida, K_{In}, a partir de η_{In} con una corrección (h_k) para el campo de flujo alrededor de las fibras. En el caso de este estudio, $K_{In} < 1$ y se utilizó la primera ecuación.

$$\eta_{In} = 0.51 h_k^{-0.35} K_{In}^{0.73}; \qquad 10^{-2} < K_{In} < 10^{0}$$
$$\eta_{In} = 0.54 h_k^{-.60} K_{In}^{0.40}; \qquad 10^{0} < K_{In} < 10^{2}$$
$$h_k = -1/2 \ln \alpha + \alpha - 1/4\alpha^2 - 3/4$$

Sustituyendo el valor del cálculo de K_{In} de η_{In} e invirtiendo la ecuación para K_{In} anterior da la densidad de carga efectiva (q_f) de las fibras en un filtro de electret.

$$q_f = \left\{ \left[\frac{\varepsilon_p + 2}{\varepsilon_p - 1} \right] \frac{6\varepsilon_0 (1+\varepsilon_f)^2 \mu \alpha l_f U_0 K_{In}}{C_c \pi^2 d_p^2} \right\}^{0.5}$$

donde: η_{In} = eficiencia de fibra única de dipolo inducido (-)

d_f = Diámetro de fibra (m) = 0,5 x (diámetro de fibra eficaz de las pruebas de flujo de aire)

L = espesor del filtro (m)

α = solidez (-)

P_{ch} = Penetración - fibras con carga (-)

P_{unch} = Penetración - fibras sin carga (-)

d_p = Diámetro de partícula (m) = 0,2 micrómetros

C_c = factor de corrección de partículas de Cunningham (-)

h_k = factor de hidrodinámica de Kuwabara (-)

q_f = densidad de carga de fibra efectiva (C/m^2)

ε_p = constante dieléctrica - partículas (-) = 5,1 para el dioctilftalato

ε_0 = constante dieléctrica del espacio libre = $8{,}8542^{-12}$ (C^2/Nm^2)

ε_f = Constante dieléctrica - Fibra (-) = 2,2 para polipropileno

μ = Viscosidad del aire Pa s = $1{,}81^{-05}$ (Ns/m^2)

U_0 = Velocidad frontal (m/s) = 6,9 cm/s

K_{In} = Parámetro de Fuerza de dipolo inducido (-)

El valor de la distribución del tamaño de partículas de DOP proporcionado por el generador de aerosol TSI AFT Modelo 8130 (descrito a continuación) tiene un recuento de diámetro medio geométrico de 0,2 micrómetros con una desviación estándar geométrica de 1,6. El TSI AFT Modelo 8130 fue operado con el neutralizador de aerosol apagado. El diseño del generador de aerosol TSI AFT Modelo 8130 tiene un volumen de espacio muerto grande. La aglomeración física y electrostática resultante de este aerosol líquido en el volumen de espacio muerto produce un aerosol con una carga electrostática bipolar muy baja. Esta carga bipolar se aproxima a cero como para las partículas sin carga y es mucho menor que con el neutralizador activado (distribución de carga de Boltzmann).

El recuento de la mediana del diámetro de las fibras se utiliza para el cálculo de la carga de fibra. Esto se calcula como la mitad del diámetro de fibra efectivo. El diámetro de fibra efectivo (EFD) es el diámetro del área de superficie de la fibra y puede relacionarse con el diámetro de la fibra por la ecuación de Hatch - Choate:

$$d_g = \frac{d_a}{\exp(2 \ln^2(\sigma_g))}$$

donde: d_g = recuento del diámetro medio geométrico = diámetro medio aritmético

d_a = diámetro de la media geométrica del área = EFD

σ_g = desviación estándar geométrica

Los detalles del procedimiento para llevar a cabo los cálculos se incluyen en la sección de Ejemplos, a continuación. En algunas realizaciones, la densidad de carga efectiva calculada es de al menos 20 microculombios/metro cuadrado. En otras realizaciones, la densidad de carga efectiva calculada es de al menos 30, 40 o incluso 50 microculombios/metro cuadrado.

EJEMPLOS

Estos ejemplos son meramente para fines ilustrativos sólo y no están destinados a ser limitativos en el alcance de las reivindicaciones adjuntas. Todas las partes, porcentajes, relaciones, etc. en los ejemplos y el resto de la memoria descriptiva son en peso, a menos que se indique lo contrario. Los disolventes y otros reactivos utilizados se obtuvieron de Sigma-Aldrich Chemical Company, Milwaukee, Wisconsin a menos que se indique lo contrario.

Cuadro de abreviaturas

Abreviatura o designación comercial	Descripción
Aditivo de la carga 1	4-Nitro-N-fenilftalimida (CAS :40392-27-6) comercialmente disponible de TCI America.
Aditivo de la carga 2	N,N'-1,4-fenilendimaleimida (CAS :3278-31-7) disponible de TCI America.
Aditivo de la carga 3	4,4'-Bismaleimido difenil metano (CAS :13676-54-5) disponible de TCI America.
Aditivo de la carga 4	1-(2,2,6,6-Tetrametil-piperidin-4-il)-pirrolidina-2,5-diona derivado comercialmente disponible como" UVINUL 5050H" (CAS :152261-33-1) de la firma BASF, Ludwigshafen, Alemania.
Aditivo de la carga 5	N,N'-Bisformil-N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil)-hexametilendiamina comercialmente disponible como " UVINUL 4050H" (CAS :124172-53-8) de la firma BASF, Ludwigshafen, Alemania.
PP-1	Resina de polipropileno, ESCORENE PP 3746G (índice de fluidez del fundido 1200), comercialmente disponible de Exxon -Mobil Corporation, Irving, Tejas.
PP-2	Resina de polipropileno de grado 3, TOTAL PP3960 (índice de fluidez del fundido 350) comercialmente disponible de TOTAL Petrochemicals EE.UU. Inc., Houston, Tejas.
PP3	Resina de polipropileno, TOTAL PP3860 (índice de fluidez del fundido 100), comercialmente disponible de TOTAL Petrochemicals EE.UU. Inc., Houston, Tejas.
PP4	Resina de polipropileno, METOCENE MF 650W (índice de fluidez del fundido 500), comercialmente disponible de LyondellBasell Industries, Inc., Rotterdam, Holanda.
PP5	Resina de polipropileno, TOTAL PP3868 (índice de fluidez del fundido 35), comercialmente disponible de Total Petrochemicals EE.UU. Inc., Houston, Tejas.
PMP-1	Resina de poli-4-metil-1-penteno, TPX-MX002, comercialmente disponible de Mitsui Chemicals, Inc., Tokio, Japón.
DI agua	Agua desionizada
PPM	Partes por millón
BMF	Red de microfibras sopladas en estado fundido

Métodos de prueba

Pruebas de filtración

Las muestras se ensayaron para determinar el porcentaje de penetración del aerosol DOP (% Pen) y se calculó la caída de presión (ΔP), y el factor de calidad (QF). El rendimiento de la filtración (% Pen y QF) de las redes de microfibras no tejidas se evaluaron utilizando un probador de filtro automatico (AFT) Modelo 8130 (disponible de TSI, Inc., St. Paul, Minesota) utilizando dioctilftalato (DOP) como el aerosol de comparación. El aerosol de DOP es nominalmente una masa mono dispersa de mediana de diámetro de 0,3 micrómetros que tiene una concentración corriente arriba de 70-120 mg/m^3. El aerosol fue forzado a través de una muestra de medio de filtración a una velocidad de flujo calibrado de 42,5 litros/minuto (velocidad frontal de 6,9 cm/s) con el aerosol TSI AFT Modelo 8130 neutralizador de aerosol cerrado. El tiempo total del ensayo fue de 23 segundos (tiempo de subida de 15 segundos, tiempo de muestreo de 4 segundos y tiempo de purga de 4 segundos). Simultáneamente con el % Pen, se midió la caída de presión (ΔP en mm de agua) a través del filtro por el instrumento. La concentración del aerosol de DOP se midió mediante dispersión de la luz tanto aguas arriba como aguas abajo de los medios de filtración utilizando fotómetros calibrados. El % Pen de DOP se define como: % Pen = 100 × (concentración de DOP aguas abajo/ concentración de DOP aguas arriba). Para cada material, se hicieron 6 mediciones separadas en diferentes lugares de la red de BMF y los resultados se promediaron.

El % Pen y ΔP se utilizaron para calcular un QF por la siguiente fórmula:

QF = - ln(% Pen/100)/ΔP,

donde ln representa el logaritmo neperiano. Un valor de QF más alto indica mejor rendimiento de la filtración y la disminución de los valores de QF se correlacionan eficazmente con una disminución del rendimiento de la filtración.

Prueba de descarga de rayos X

El factor de calidad y % de penetración de las redes de muestra a ensayar se determinaron antes de la exposición a la radiación de rayos X utilizando el método de ensayo descrito anteriormente. El factor de calidad inicial se designa como "QF_0". La red de muestra se expuso a cada lado a los rayos X usando el sistema descrito a continuación, asegurándose de que toda la muestra fue expuesta de manera uniforme a la radiación de rayos X. Después de la exposición a los rayos X, la muestra de medio de filtración se ensayó de nuevo para medir su rendimiento de filtración (QF y % Pen). El procedimiento se repitió hasta que el rendimiento del filtro alcanzó un valor constante, indicando que toda la carga electrostática de la muestra había sido neutralizada. También se informó del % de la relación de penetración (%Pen Ratio). La Relación % Pen se calculó a partir del % Pen a los 0 minutos y 60 minutos utilizando la ecuación en donde ln significa el logaritmo neperiano:

$$\%\ \text{Pen Ratio} = \frac{\ln(\%Pen(0\,\text{min})/100)}{\ln(\%Pen(60\,\text{min})/100)} \times 100\,\%.$$

La exposición a los rayos X se llevó a cabo utilizando un sistema de exposición a los rayos X Baltograph 100/15 CP (Balteau Electric Corp, Stamford, Connecticut) que consta de un generador conectado a tierra con un extremo de potencial constante nominal de 100 kV a 10 mA con una ventana de berilio (filtración inherente 0,75 mm) con una potencia de salida de hasta 960 Roentgen/min a 50 cm de la mancha focal de 1,5 mm x 1,5 mm. La tensión se ajustó a 80 kV con una corriente correspondiente de 8 mA. Un soporte de muestra se colocó a una distancia aproximada de 57,2 centímetros (22,5 pulgadas) desde el punto focal para lograr una exposición de alrededor de 580 Roentgen/min.

Cálculo de la densidad de carga efectiva:

La densidad de carga efectiva (q_f) para un filtro de fibra electret se calculó a partir de las mediciones de la prueba de penetración del filtro. La ecuación para la penetración del filtro a través de un medio filtrante electret está relacionada con tres coeficientes de partículas para mecanismos de captura de partículas mecánicos, de dipolos y culómbicos.

$$\%P_{rb} = 100\left[\frac{\pi(1-\alpha)d_f}{4\alpha L}\right]\left(\eta_M + \eta_{ID} + \eta_e\right),$$

donde:

η_M = eficiencia de fibra única: captura mecánica (fibras sin carga, partículas sin carga)

η_{In} = eficiencia de fibra única: captura de dipolo inducido (fibras con carga, partículas sin carga)

η_C = eficiencia de fibra única: captura culómbica (fibras con carga, partículas con carga) = 0 para partículas sin carga

La eficiencia de fibra única de fuerza inducida (η_{In}) puede calcularse a partir de la estructura del filtro y los resultados de las pruebas del filtro, usando partículas sin carga (η_C = 0) para un medio de filtración de electret lo que da la fracción de penetración para fibras con carga (P_{ch}) y para fibras sin carga (P_{unch}):

$$\eta_{In} = \left[\frac{\pi(1-\alpha)d_f}{4\alpha L}\right] \ln\left[\frac{P_{ch}}{P_{unch}}\right]$$

El parámetro sin dimensión de la fuerza inducida (K_{In}) se refiere a la captura de partículas sin carga con fibras de electret con carga.

$$K_{In} = \left[\frac{\varepsilon_p - 1}{\varepsilon_p + 2}\right] \frac{C_c \pi^2 q_f^2 d_p^2}{6\varepsilon_0 (1+\varepsilon_f)^2 \mu d_f U_0}$$

Relaciones correlativas de análisis computacional (a continuación) de Otani (1993) y Brown (1993) para dos regímenes pueden ser invertidas para calcular el parámetro de fuerza inducida, K_{In}, a partir de η_{In} con una corrección (h_K) para el campo de flujo alrededor de las fibras. En el caso de este estudio, K_{In} < 1 y se utilizó la primera ecuación.

$$\eta_{In} = 0.51 h_k^{-0.35} K_{In}^{0.73}; \qquad 10^{-3} < K_{In} < 10^{0}$$
$$\eta_{In} = 0.54 h_k^{-.60} K_{In}^{0.40}; \qquad 10^{0} < K_{In} < 10^{2}$$
$$h_k = -1/2 \ln \alpha + \alpha - 1/4\alpha^2 - 3/4$$

Sustituyendo el valor del cálculo de K_{In} de n_{In} e invirtiendo la ecuación de K_{In} anterior da la densidad de carga efectiva (q_f) de las fibras en un filtro de electret.

$$q_f = \left\{\left[\frac{\varepsilon_p + 2}{\varepsilon_p - 1}\right] \frac{6\varepsilon_0 (1+\varepsilon_f)^2 \mu d_f U_o K_{In}}{C_c \pi^2 d_p^2}\right\}^{0.5}$$

donde:

η_{In} = eficiencia de de fibra única de dipolo inducido(-)

d_f = Diámetro de fibra (m) = 0,5 x (diámetro de fibra eficaz de las pruebas de flujo de aire)

L = espesor del filtro (m)

α = solidez (-)

P_{ch} = Penetración - fibras con carga (-)

P_{unch} = Penetración - fibras sin carga (-)

d_p = Diámetro de partícula (m) = 0,2 micrómetros

C_c = factor de corrección de partículas de Cunningham (-)

h_k = factor de hidrodinámica de Kuwabara (-)

q_f = densidad de carga de fibra efectiva (C/m^2)

ε_p = constante dieléctrica - partículas (-) = 5,1 para el dioctilftalato

ε_0 = constante dieléctrica del espacio libre = $8{,}8542^{-12}$ (C^2/Nm^2)

ε_f = constante dieléctrica -Fibra (-) = 2,2 para el polipropileno

μ = Viscosidad del aire Pa *s* = $1{,}81^{-05}$ (Ns/m^2)

U_0 = Velocidad frontal (m/s) = 6,9 cm/s

K_{ln} = Parámetro de fuerza de dipolo inducido (-)

El valor de distribución del tamaño de partícula utilizado del generador de aerosol TSI AFT Modelo 8130 tiene un recuento de diámetro medio geométrico de 0,2 micrómetros con una desviación estándar geométrica de 1,6.

La mediana de la medida del diámetro de la fibra se utiliza para el cálculo de la carga de la fibra. Esto se calcula como la mitad del diámetro efectivo de la fibra. El diámetro efectivo de la fibra (EFD) es el diámetro del área de superficie de la fibra y puede estar relacionada con la medición del diámetro de las fibras por la ecuación Hatch-Choate :

$$d_g = \frac{d_a}{\exp(2\ln^2(\sigma_g))}$$

donde: d_g = recuento del diámetro medio geométrico = diámetro medio aritmético

d_a = diámetro de la media geométrica del área = EFD

σ_g = desviación estándar geométrica

Análisis de la estabilidad térmica:

La estabilidad térmica de cada aditivo de la carga se midió con un analizador termogravimétrico (TGA) Modelo 2950 disponible de TA Instruments, New Castle, Delaware. Aproximadamente 5-10 miligramos de material se colocó en el TGA y se calentó desde la temperatura ambiente a 500° C. a una velocidad de 10° C/min en una atmósfera con aire mientras que se medía la pérdida de peso. La Tabla 1 enumera la temperatura a la que se detectó pérdida de peso del 2%, así como la temperatura a la que se detectó pérdida de peso del 5%.

Tabla 1

Aditivo de carga	Temperatura con 2% de pérdida de peso (º C)	Temperatura con 5% de pérdida de peso (º C)
1	236	253
2	234	252
3	272	444
4	268	335
5	265	289

Ejemplos 1-85 y ejemplos comparativos C1-C83

Para cada uno de los Ejemplos y Ejemplos Comparativos, se siguieron los procedimientos descritos a continuación. Los datos de estos ejemplos se presentan en las tablas 2, 3 y 4.

Preparación de la muestra:

Paso A- Preparación de las redes de microfibra:

Para cada red del ejemplo 1-20, se seleccionó uno de los aditivos de la carga descritos anteriormente (cualquiera de los aditivos 1, 2, 3, o 4) y se mezcló en seco con uno de los grados de polipropileno o poli-4-metil-1-penteno a la concentración mostrada en la Tabla 2, y la mezcla fue extruída como se describe por Van A. Wente, en " Superfine Thermoplastic Fibers," Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, páginas 1342-1346. La temperatura de extrusión osciló desde aproximadamente 250° C-340° C y la extrusora era una extrusora Brabender cónica de doble tornillo (comercialmente disponible de Brabender Instruments, Inc.) que funciona a una velocidad de aproximadamente de 2,5 a 3 kg/hora (5-7 libras/hora). El troquel era de 25,4 centímetros (10 pulgadas) de ancho con 10 agujeros por centímetro (25 agujeros por pulgada). Se formaron redes de microfibras sopladas en estado fundido (BMF) que tenían pesos base de aproximadamente 57 g/m^2, diámetros de fibra eficaces de aproximadamente 8,0 micrómetros y un espesor de aproximadamente 1 milímetro. Del mismo modo, para cada Ejemplo Comparativo C1-C8, se preparó una red BMF a partir del mismo grado de pureza del polipropileno como la correspondiente red de los Ejemplos, pero o no se añadió aditivo de carga o se utilizó el aditivo de carga 5. La Tabla 2 resume las características de cada red específica para cada uno de los Ejemplos y Ejemplos Comparativos.

Paso B- Preparación del electret:

Cada una de las redes BMF preparada en la Etapa A anterior se cargó por uno de los cuatro métodos de carga de electret: pretratamiento de corona e hidrocarga con agua que contenía 50 ppm de Na_2CO_3; pretratamiento de corona e hidrocarga con agua desionizada; hidrocarga con agua que contenía 50 ppm deNa_2CO_3; o hidrocarga con agua desionizada. La Tabla 3 resume el método de carga específica aplicado a cada una de las muestras.

Método de carga 1:

Las redes BMF seleccionadas preparadas en la Etapa A anterior fueron cargadas por descarga en corona DC seguido de hidrocarga con agua que contenía 50 ppm de Na_2CO_3. La carga en corona se llevó a cabo haciendo pasar la red por una superficie conectada a tierra bajo una fuente de cepillo de corona con una corriente de corona de aproximadamente 0,01 miliamperios por centímetro de longitud de fuente de descarga a una velocidad de aproximadamente 3 centímetros por segundo. La fuente de corona fue de aproximadamente 3,5 centímetros por encima de la superficie conectada a tierra sobre la que se llevó la red. La fuente de corona fue impulsada por una tensión de CC positiva. Después de la carga por efecto corona, la red BMF fue hidrocargada utilizando un rocío fino de agua que tenía 50 ppm de Na_2CO_3 disuelto en ella que se generó a partir de una boquilla que funcionó a una presión de 896 kilopascales (130 psi) y una velocidad de flujo de aproximadamente 1,4 litros/minuto. Las redes BMF seleccionadas preparadas en la Etapa A se transportaron por una cinta porosa a través de la pulverización de agua a una velocidad de aproximadamente 10 centímetros/segundo, mientras que un vacío retiraba simultáneamente el agua a través de la red por debajo. Cada red BMF se pasó a través del hidrocargador dos veces (de forma secuencial una vez por cada lado) durante la pulverización, y luego dos veces sin pulverizar con sólo el vacío para eliminar cualquier exceso de agua. Las redes se dejaron secar completamente al aire durante la noche antes de la prueba de filtración.

Método de carga 2:

Las redes BMF seleccionadas preparadas en la Etapa A anterior fueron cargadas por descarga corona DC seguido de hidrocarga con agua DI. Se utilizó el mismo método que se utilizó en el Método de carga 1, excepto que se utilizó agua DI en lugar de agua que contenía 50 ppm de Na_2CO_3 disuelto en ella.

Método de carga 3:

Las redes BMF seleccionadas preparadas en la Etapa A anterior se cargaron directamente por hidrocarga con agua que contenía 50 ppm de Na_2CO_3. La red BMF se hidrocargó utilizando un rocío fino de agua que tenía 50 ppm de Na_2CO_3 disuelto en ella generado a partir de una boquilla que funcionaba a una presión de 896 kilopascales (130 psi) y una velocidad de flujo de aproximadamente 1,4 litros/minuto. Las redes BMF seleccionadas preparadas en la Etapa A se transportaron por una cinta porosa a través de la pulverización de agua a una velocidad de aproximadamente 10 centímetros/segundo, mientras que un vacío extraía simultáneamente el agua a través de la red desde abajo. Cada red BMF se pasó a través del hidrocargador dos veces (de forma secuencial una vez por cada lado) durante la pulverización, y luego dos veces sin pulverizar con sólo el vacío para eliminar cualquier exceso de agua. Las redes se dejaron secar completamente al aire durante la noche antes de la prueba de filtración.

Método de carga 4:

Las redes BMF seleccionadas preparadas en la Etapa A anterior se cargaron directamente por hidrocarga con agua DI. La red BMF se hidrocargó utilizando un rocío fino de agua DI generada a partir de una boquilla que funcionaba a una presión de 896 kilopascales (130 psi) y una velocidad de flujo de aproximadamente 1,4 litros/minuto. Las redes de BMF seleccionadas preparadas en la Etapa A se transportaron por una cinta porosa a través de la pulverización de agua a una velocidad de aproximadamente 10 centímetros/segundo, mientras que un vacío extraía simultáneamente el agua a través de la red desde abajo. Cada red BMF se pasó a través del hidrocargador dos veces (de forma secuencial una vez por cada lado) durante la pulverización, y luego dos veces sin pulverizar con sólo el vacío para eliminar cualquier exceso de agua. Las redes se dejaron secar completamente al aire durante la noche antes de la prueba de filtración.

Procedimiento de prueba de filtración:

Rendimiento de la filtración inicial:

Cada una de las muestras cargadas preparadas en la Etapa B anterior se cortó en una sección de 1 metro, esta sección se puso a prueba en su estado inicial para el porcentaje de penetración del aerosol de DOP (%Pen DOP) y la caída de presión (ΔP), y el factor de calidad (QF) se calculó como se describe en los métodos de ensayo descritos anteriormente. Estos resultados se muestran en la Tabla 3 a continuación como % DOP Pen, caída de presión y QF.

Tabla 2

Número de ejemplo de red BMF	Aditivo de carga	Grado de la resina	Concentra-ción del aditivo (% del peso)	Diámetro de la fibra efectivo (µm)	Solidez(%)	Pesobase (g/m^2)	Espesor (mm)
C1	Ninguno	PP-1	0	8,0	5,5	57	1,13
1	1	PP-1	0,5	8,4	4,8	52	1,19
2	1	PP-1	1	7,7	4,6	56	1,31
3	2	PP-1	0,5	8,2	4,5	53	1,28
4	3	PP-1	0,5	8,1	4,6	59	1,38
5	3	PP-1	1	8,4	4,3	57	1,44
6	4	PP-1	0,5	8,1	5,4	56	1,11
7	4	PP-1	1	8,1	5,8	55	1,03
C2	5	PP-1	0,5	8,0	5,3	55	1,14
C3	5	PP-1	1	8,1	5,6	55	1,06

C4	Ninguno	PP-2	0	8,3	6,0	56	1,01
8	4	PP-2	0,5	7,7	6,1	59	1,05
9	4	PP-2	1,0	7,9	5,9	62	1,15
C5	Ninguno	PP-3	0	8,1	5,4	60	1,20
10	4	PP-3	0,1	7,9	5,9	58	1,09
11	4	PP-3	0,2	8,3	6,1	60	1,08
12	4	PP-3	0,5	8,2	6,1	60	1,08
13	4	PP-3	0,75	8,1	6,2	57	1,01
14	4	PP-3	1,0	7,9	6,1	59	1,04
C6	Ninguno	PP-4	0	7,6	5,4	56	1,14
15	4	PP-4	0,5	7,8	6,4	60	1,01
16	4	PP-4	1,0	7,7	6,4	56	0,96
C7	Ninguno	PP-5	0	8,3	56	7,1	0,85
17	4	PP-5	0,5	7,7	58	7,5	0,85
18	4	PP-5	1	7,5	57	6,7	0,93
C8	Ninguno	PMP-1	0	8,1	55	7,3	0,89
19	4	PMP-1	0,5	9,3	58	7,8	0,88
20	4	PMP-1	1	9,2	55	7,4	0,88

Tabla 3

Número de ejemplo	Aditivo de carga	Concentración del aditivo (% del peso)	Grado de la resina	Número de Ejemplo de red BMF	Método de carga	%DOP Pen	Caída de presión (mm de H_2O)	QF (1/mm H_2O)
21	1	0,5	PP-1	1	1	3,58	1,86	1,80
C9	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	1	8,92	2,14	1,14
22	1	0,5	PP-1	1	2	8,88	1,78	1,37
C10	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	2	16,2	2,14	0,86
23	1	0,5	PP-1	1	3	5,73	1,84	1,57
C11	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	3	29,1	2,12	0,59
24	1	0,5	PP-1	1	4	12,52	1,74	1,20
C12	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	4	44,4	2,16	0,38
25	1	1□	PP-1	2	1	4,62	2,02	1,53
C13	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	1	8,92	2,14	1,14

26	1	1	PP-1	2	2	10,64	2,14	1,06
C14	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	2	16,2	2,14	0,86
27	1	1	PP-1	2	3	3,66	2,12	1,56
C15	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	3	29,1	2,12	0,59
28	1	1	PP-1	2	4	10,64	2,14	0,88
C16	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	4	44,4	2,16	0,38
29	2	0,5	PP-1	3	1	5,04	1,52	1,98
C17	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	1	8,92	2,14	1,14
30	2	0,5	PP-1	3	2	10,81	1,52	1,47
C18	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	2	16,2	2,14	0,86
31	2	0,5	PP-1	3	3	29,3	1,58	0,78
C19	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	3	29,1	2,12	0,59
32	2	0,5	PP-1	3	4	51,1	1,44	0,47
C20	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	4	44,4	2,16	0,38
33	3	0,5	PP-1	4	1	7,13	1,80	1,47
C21	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	1	8,92	2,14	1,14
34	3	0,5	PP-1	4	2	18,34	1,74	0,98
C22	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	2	16,2	2,14	0,86
35	3	0,5	PP-1	4	3	27,14	1,76	0,75
C23	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	3	29,1	2,12	0,59
36	3	1	PP-1	5	1	4,66	1,66	1,87
C24	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	1	8,92	2,14	1,14
37	3	1	PP-1	5	2	11,77	1,66	1,32
C25	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	2	16,2	2,14	0,86
38	3	1	PP-1	5	3	33,22	1,60	0,69
C26	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	3	29,1	2,12	0,59
39	3	1	PP-1	5	4	49,52	1,58	0,45
C27	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	4	44,4	2,16	0,38
40	4	0,5	PP-1	6	1	2,58	2,02	1,81
C28	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	1	8,92	2,14	1,14
C29	5	0,5	PP-1	C2	1	16,9	2,24	0,80
41	4	0,5	PP-1	6	2	4,03	1,94	1,68
C30	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	2	16,2	2,14	0,86
C31	5	0,5	PP-1	C2	2	26,43	2,38	0,56

42	4	0,5	PP-1	6	3	5,72	1,90	1,52
C32	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	3	29,1	2,12	0,59
C33	5	0,5	PP-1	C2	3	41,9	2,32	0,38
43	4	0,5	PP-1	6	4	1,33	1,92	2,26
C34	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	4	44,4	2,16	0,38
C35	5	0,5	PP-1	C2	4	29,42	2,54	0,48
44	4	1	PP-1	7	1	3,11	2,08	1,69
C36	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	1	8,92	2,14	1,14
C37	5	1	PP-1	C3	1	35,3	2,10	0,50
45	4	1	PP-1	7	2	3,66	1,98	1,67
C38	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	2	16,2	2,14	0,86
C39	5	1	PP-1	C3	2	27,3	2,18	0,60
46	4	1	PP-1	7	3	4,48	1,96	1,59
C40	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	3	29,1	2,12	0,59
C41	5	1	PP-1	C3	3	43,8	2,18	0,38
47	4	1	PP-1	7	4	0,79	2,14	2,29
C42	Ninguno	Ninguno	PP-1	C1	4	44,4	2,16	0,38
C43	5	1	PP-1	C3	4	29,88	2,26	0,54
48	4	0,5	PP-2	8	1	1,79	2,53	1,61
C44	Ninguno	Ninguno	PP-2	C4	1	27,1	2,08	0,63
49	4	0,5	PP-2	8	2	1,25	2,55	1,78
C45	Ninguno	Ninguno	PP-2	C4	2	40,08	1,77	0,52
50	4	0,5	PP-2	8	3	2,28	2,63	1,45
C46	Ninguno	Ninguno	PP-2	C4	3	54,32	1,98	0,31
51	4	0,5	PP-2	8	4	0,41	2,52	2,21
C47	Ninguno	Ninguno	PP-2	C4	4	70,87	1,97	0,18
52	4	1	PP-2	9	1	1,14	2,63	1,70
C48	Ninguno	Ninguno	PP-2	C4	1	27,1	2,08	0,63
53	4	1	PP-2	9	2	0,52	2,55	2,08
C49	Ninguno	Ninguno	PP-2	C4	2	40,08	1,77	0,52
54	4	1	PP-2	9	3	2,39	2,37	1,60
C50	Ninguno	Ninguno	PP-2	C4	3	54,32	1,98	0,31
55	4	1	PP-2	9	4	0,32	2,47	2,35
C51	Ninguno	Ninguno	PP-2	C4	4	70,87	1,97	0,18

56	4	0,1	PP-3	10	1	3,51	2,56	1,37
C52	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	1	4,51	2,54	1,23
57	4	0,1	PP-3	10	2	5,73	2,36	1,23
C53	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	2	8,55	2,56	0,96
58	4	0,1	PP-3	10	3	26,34	2,4	0,56
C54	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	3	42,34	2,42	0,36
59	4	0,1	PP-3	10	4	8,17	2,36	1,07
C55	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	4	32,82	2,58	0,43
60	4	0,2	PP-3	11	1	3,78	2,20	1,50
C56	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	1	4,51	2,54	1,23
61	4	0,2	PP-3	11	2	5,12	2,22	1,34
C57	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	2	8,55	2,56	0,96
62	4	0,2	PP-3	11	3	28,44	2,24	0,56
C58	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	3	42,34	2,42	0,36
63	4	0,2	PP-3	11	4	5,56	2,24	1,32
C59	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	4	32,82	2,58	0,43
64	4	0,5	PP-3	12	1	8,23	1,60	1,57
C60	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	1	4,51	2,54	1,23
65	4	0,5	PP-3	12	2	10,51	1,70	1,33
C61	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	2	8,55	2,56	0,96
66	4	0,5	PP-3	12	3	41,48	1,56	0,57
C62	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	3	42,34	2,42	0,36
67	4	0,5	PP-3	12	4	19,82	1,72	0,95
C63	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	4	32,82	2,58	0,43
68	4	0,75	PP-3	13	1	2,43	2,34	1,60
C64	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	1	4,51	2,54	1,23
69	4	0,75	PP-3	13	2	5,40	2,22	1,32
C65	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	2	8,55	2,56	0,96
70	4	0,75	PP-3	13	3	7,64	2,34	1,10
C66	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	3	42,34	2,42	0,36
71	4	0,75	PP-3	13	4	1,46	2,16	1,99
C67	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	4	32,82	2,58	0,43
72	4	1,0	PP-3	14	1	3,30	2,24	1,54
C68	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	1	4,51	2,54	1,23

73	4	1,0	PP-3	14	2	5,38	2,42	1,22
C69	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	2	8,55	2,56	0,96
74	4	1,0	PP-3	14	3	9,35	2,26	1,06
C70	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	3	42,34	2,42	0,36
75	4	1,0	PP-3	14	4	1,69	2,34	1,79
C71	Ninguno	Ninguno	PP-3	C5	4	32,82	2,58	0,43
76	4	0,5	PP-4	15	4	0,42	2,96	1,94
C72	Ninguno	Ninguno	PP-4	C6	4	12,38	2,6	0,81
77	4	1,0	PP-4	16	4	0,14	3,07	2,15
C73	Ninguno	Ninguno	PP-4	C6	4	12,38	2,6	0,81
78	4	0,5	PP-5	17	4	0,68	2,84	1,77
C74	Ninguno	Ninguno	PP-5	C7	4	35,66	2,26	0,46
79	4	1,0	PP-5	18	4	0,289	3,0	1,96
C75	Ninguno	Ninguno	PP-5	C7	4	35,66	2,26	0,46
80	4	0,5	PMP-1	19	4	6,17	2,06	1,36
C76	Ninguno	Ninguno	PMP-1	C8	4	14,98	2,16	0,88
81	4	1,0	PMP-1	20	4	3,55	2,18	1,54
C77	Ninguno	Ninguno	PMP-1	C8	4	14,98	2,16	0,88
C78	4	1,0	PP-1	7	ninguno	79,9	2,1	0,11
82	4	1,0	PP-1	7	4	3,4	2	1,69
C79	1	1,0	PP-1	2	ninguno	72,7	2,1	0,15
83	1	1,0	PP-1	2	4	4,88	2,3	1,31
C80	5	1,0	PP-1	C3	ninguno	71,5	1,8	0,19
C81	5	1,0	PP-1	C3	4	40,8	1,9	0,47
C82	3	1,0	PP-1	5	ninguno	81,1	1,7	0,12
84	3	1,0	PP-1	5	4	8,56	1,8	1,37
C83	2	0,5	PP-1	3	ninguno	81,5	1,7	0,12
85	2	0,5	PP-1	3	4	2,32	2	1,88

Descarga de rayos X de los medios de filtración de electret:

Usando el procedimiento descrito en los métodos de ensayo anteriores, las muestras seleccionadas de medios de filtración fueron expuestas a los rayos X ionizantes. La tabla 4 informa del rendimiento de filtración de cada muestra antes de la exposición a los rayos X (tiempo=0 minutos), después de 30 minutos de exposición total a los rayos X, después de 40 minutos de exposición total a los rayos X, y después de 60 minutos de exposición total a los rayosX.

Tabla 4

	Rendimiento de filtración después de la exposición a rayos X												
	Exposición = 0 minutos			Exposición = 30 minutos			Exposición 40 = minutos			Exposición 60 minutos			
Ejemplo Nº	ΔP (mm H_2O)	% Pen (%)	QF_0 (1/mm H_2O)	ΔP (mm H_2O)	% Pen	QF (1mm H_2O)	ΔP (mm H_2O)	% Pen (%)	QF (1mm H_2O)	ΔP (mm H_2O)	% Pen (%)	QF (1mm H_2O)	Ratio % Pen (%)
C78	2,1	79,9	0,11	2	79,5	0,11	2	79,5	0,11	2	79,3	0,12	97
82	2	3,4	1,69	2	42,7	0,43	2	57,2	0,28	2	73,7	0,15	1108
C79	2,1	72,7	0,15	2,1	76,9	0,13	2,2	77,3	0,12	2,1	77,5	0,12	125
83	2,3	4,88	1,31	2,3	47,3	0,33	2,3	64,1	0,19	2,3	73	0,14	960
C80	1,8	71,5	0,19	1,8	78,5	0,13	1,8	76,9	0,15	1,9	79,6	0,12	147
C81	1,9	40,8	0,47	1,9	78,1	0,13	2	78,4	0,12	1,9	79,6	0,12	393
C82	1,7	81,1	0,12	1,7	80,5	0,13	1,7	79,6	0,13	1,7	81,3	0,12	101
84	1,8	8,56	1,37	1,6	79,7	0,14	1,7	80,5	0,13	1,6	80,8	0,13	1153
C83	1,7	81,5	0,12	1,7	83,6	0,11	1,7	82,8	0,11	1,7	82,4	0,11	106
85	2	2,32	1,88	1,8	69,6	0,20	1,8	74,8	0,16	1,9	81,1	0,11	1797

Cálculo de la densidad de carga efectiva:

Utilizando los datos presentados en la Tabla 4 anterior para la exposición de rayos X de 60 minutos y el procedimiento descrito en los métodos de ensayo anteriores, se calculó la densidad de carga efectiva para las muestras seleccionadas de medios de filtración. Estos datos se presentan en la Tabla 5.

Tabla 5

Ejemplo Nº	L (mm)	BW (g/m^2)	U_0 (cm/s)	α	h_K	d_{eff} (µm)	QF inicial ($mm\ H_2O)^{-1}$	η_{In}	K_{In}	qr ($\mu C/m^2$)
82	1,03	55	6,9	0,058	0,731	8,1	1,69	0,154	0,167	61,6
83	1,31	56	6,9	0,046	0,835	7,7	1,31	0,134	0,146	56,2
C81	1,06	55	6,9	0,056	0,746	8,1	0,47	0,034	0,021	21,9
84	1,44	57	6,9	0,043	0,866	8,4	1,37	0,114	0,120	53,3
85	1,28	53	6,9	0,045	0,845	8,2	1,88	0,190	0,238	74,0

REIVINDICACIONES

1. Un medio de filtración de electret que comprende:

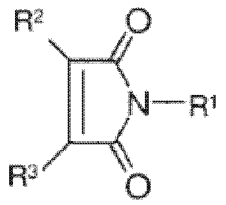
una red de microfibras no tejida que comprende una mezcla de:

una resina termoplástica; y

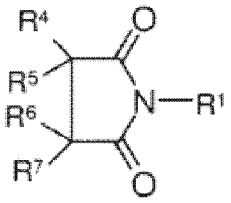
un aditivo potenciador de la carga que comprende un material de imida heterocíclica que está libre de grupos fluorados.

2. El medio de filtración de electret de la reivindicación 1, en donde el material de imida heterocíclica que está libre de grupos fluorados comprende al menos un material con la estructura (a), (b) o (c), o cualquier combinación de los mismos:

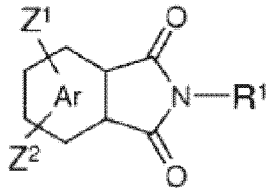
(a)



(b)



(c)



en donde el grupo R^1 comprende un átomo de hidrógeno, un alquilo, arilo, heteroalquilo, alquilo sustituido, arilo sustituido o un grupo que contiene un grupo de imida heterocíclica; los grupos R^2 y R^3 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, alquilo, arilo, heteroalquilo, alquilo sustituido, arilo sustituido o un grupo que contiene un grupo de imida heterocíclica; y

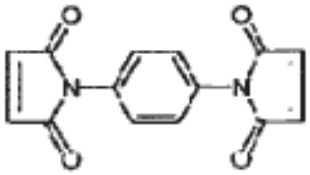
los grupos R^4, R^5, R^6 y R^7 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, alquilo, arilo, heteroalquilo, alquilo sustituido, arilo sustituido o un grupo que contiene un grupo de imida heterocíclica;

Ar comprende un anillo aromático; y

cada Z^1 y Z^2 es independientemente un sustituyente en el anillo aromático ubicado en cualquier lugar en el anillo y comprende un átomo de hidrógeno, alquilo, arilo, heteroalquilo, alquilo sustituido, arilo sustituido, un grupo nitro, o un grupo que contiene una imida heterocíclica.

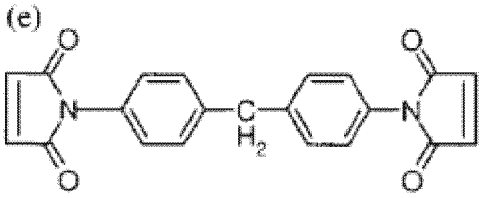
3. El medio de filtración de electret de la reivindicación 1, en donde el material de imida heterocíclica que está libre de grupos fluorados comprende al menos un material con la estructura (d), (e), (f) o (g), o cualquier combinación de las mismas:

(d)



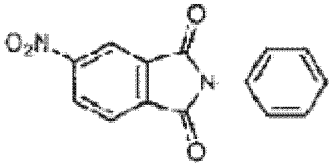
;

(e)



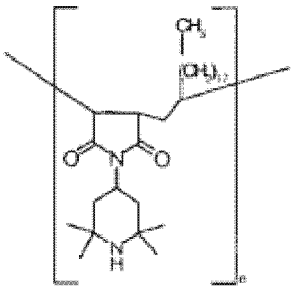
;

(f)



;

(g)



en donde n es un número de aproximadamente 5-7.

4. El medio de filtración de electret de la reivindicación 1, en donde la red de microfibras no tejidas comprende: una poliolefina; cloruro de polivinilo; poliestireno; policarbonato; o poliéster.

5. El medio de filtración de electret de la reivindicación 1, en donde el material de imida heterocíclica que está libre de grupos fluorados comprende de 0,1-5,0% en peso de la red.

6. El medio de filtración de electret de la reivindicación 1, en donde el medio de filtración comprende:

un filtro de respirador, un filtro de un sistema de ventilación de una habitación, un filtro de un sistema de ventilación de vehículos, un filtro de aire acondicionado, un filtro de caldera, un filtro de purificación del aire de una habitación, un filtro de una aspiradora, o un filtro de un disco duro de un ordenador.

7. El medio de filtración de electret de la reivindicación 1, en donde el medio de filtración tiene una relación de porcentaje de penetración de al menos 300% a una velocidad frontal de 6,9 centímetros por segundo cuando se prueba según la prueba de descarga de rayos X.

8. El medio de filtración de electret de la reivindicación 1, en donde el medio de filtración tiene una densidad de carga efectiva calculada de al menos 20 microculombios por metro cuadrado.

9. Un método para preparar una red de electret que comprende:

proporcionar un material termoplástico;

proporcionar un aditivo potenciador de la carga que comprende un material de imida heterocíclica que está libre de grupos fluorados;

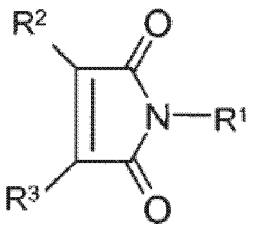
mezclar en fundido en caliente el material termoplástico y el aditivo potenciador de la carga para obtener una mezcla termoplástica;

formar una red; y

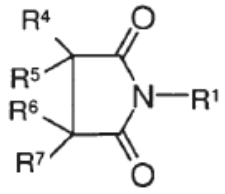
cargar electrostáticamente la red.

10. El método de la reivindicación 9, en donde el material de imida heterocíclica que está libre de grupos fluorados comprende al menos un material con la estructura (a), (b) o (c), o cualquier combinación de las mismas:

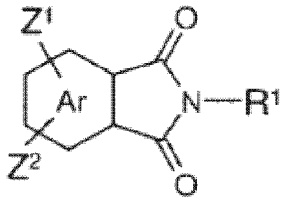
(a)



(b)



(c)



en donde el grupo R^1 comprende un átomo de hidrógeno, un alquilo, arilo, heteroalquilo, alquilo sustituido, arilo sustituido o un grupo que contiene un grupo de imida heterocíclica; los grupos R^2 y R^3 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, alquilo, arilo, heteroalquilo, alquilo sustituido, arilo sustituido o un grupo que contiene un grupo de imida heterocíclica; y

los grupos R^4, R^5, R^6 y R^7 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, un alquilo, arilo, heteroalquilo, alquilo sustituido, arilo sustituido o un grupo que contiene un grupo de imida heterocíclica;

Ar comprende un anillo aromático; y

cada Z^1 y Z^2 es independientemente un sustituyente en el anillo aromático ubicado en cualquier lugar en el anillo y comprende un átomo de hidrógeno, alquilo, arilo, heteroalquilo, alquilo sustituido, arilo sustituido, un grupo nitro, o un grupo que contiene una imida heterocíclica.